

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11295326 A**

(43) Date of publication of application: **29.10.99**

(51) Int. Cl.

G01N 37/00
G01B 21/30

(21) Application number: **10099445**

(22) Date of filing: **10.04.98**

(71) Applicant: **NIPPON TELEGR & TELEPH
CORP <NTT>**

(72) Inventor: **MATSUOKA TAKASHI
AKASAKA TETSUYA**

**(54) PROBE AND CANTILEVER USED FOR ATOMIC
FORCE MICROSCOPE, TUNNELLING
MICROSCOPE, AND SPIN POLARIZATION
TUNNELLING MICROSCOPE, AND
MANUFACTURE THEREOF**

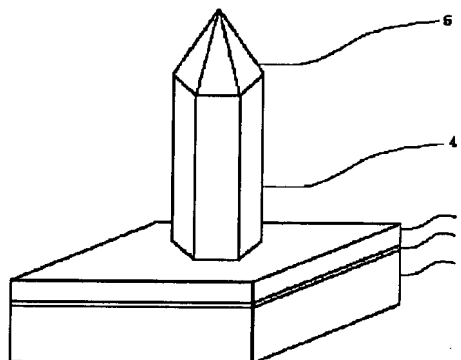
3 is grown at 1,020°C with a film thickness of 0.5 μm .
After that, a columnar part 4 or a conical part 5 is
grown by the selective growth method.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a probe and a cantilever which can be mass-produced, have an atom order fine tip shape, has less plastic deformation, and can be cleaned by growing a crystal consisting of α of a hexagonal columnar shape, and at the same time growing a crystal consisting of α of a hexagonal conical shape on that crystal.

SOLUTION: When $\text{In}_{1-X}\text{YGa}_X\text{Al}_Y\text{N}$ ($0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) is defined as α , the surface of a probe is made of a material consisting of α . A sapphire substrate 1 is arranged in a growth oven so that the surface becomes a surface for growing a buffer layer 2 with α as GaN ($X=1, Y=0$). For example, the surface is subjected to nitriding for three minutes at 1,050°C in ammonium atmosphere while the pressure in the oven is 650 Torr. Then, the amorphous GaN buffer layer 2 with a film thickness of 20 nm is grown at a temperature of 550°C. Then, the layer 2 is annealed for nine minutes at 1,050°C for forming a single crystal, and then a GaN single crystal flat layer



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-295326

(43) 公開日 平成11年(1999)10月29日

(51) Int. Cl. ⁶

G01N 37/00

識別記号

F I

G01N 37/00

C

G01B 21/30

G01B 21/30

G

Z

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平10-99445

(22) 出願日

平成10年(1998)4月10日

(71) 出願人 000004226

日本電信電話株式会社

東京都千代田区大手町二丁目3番1号

(72) 発明者 松岡 隆志

東京都新宿区西新宿三丁目19番2号日本電信電話株式会社内

(72) 発明者 赤坂 哲也

東京都新宿区西新宿三丁目19番2号日本電信電話株式会社内

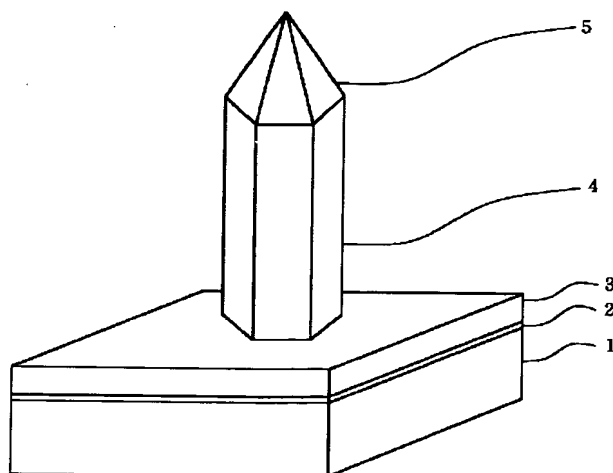
(74) 代理人 弁理士 福森 久夫

(54) 【発明の名称】 原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、高解像度の像が安定して得られ、かつ、汚染した際には熱的な清浄化処理の可能な、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法を提供する。

【解決手段】 本発明の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針は、 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し、 $0 \leq x, y, x+y \leq 1$) を α と定義したとき、少なくとも該探針の表面が α からなる材料で構成されていることを特徴とする。また、本発明の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いるカンチレバーは、上記特徴を備えた探針が、 α の単結晶薄層からなる平板に支持されている構造を有することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針であって、 $\text{In}_{1-x-y}\text{Ga}_x\text{Al}_y\text{N}$ (但し、 $0 \leq x, y, x+y \leq 1$) を α と定義したとき、

少なくとも該探針の表面が α からなる材料で構成されていることを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項2】 前記探針の表面に、互いに組成の異なる複数の α の薄層で構成された積層構造を有することを特徴とする請求項1に記載の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項3】 前記探針の表面に、 α からなる平坦な薄層、該薄層上に設けた六角柱状の α からなる結晶、及び、該六角柱状の α からなる結晶上に設けた六角錐状の α からなる結晶、で構成された積層構造を有することを特徴とする請求項1に記載の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項4】 前記六角錐状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーが、前記六角柱状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーより小さいことを特徴とする請求項3に記載の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項5】 原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いるカンチレバーであって、請求項1に記載の探針が、 α の単結晶薄層からなる平板に支持されている構造を有することを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いるカンチレバー。

【請求項6】 原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針の作製法であって、

基板上に、 α からなる平坦な薄層を成長する工程と、前記薄層上に、絶縁膜からなり単数もしくは複数の孔部を有する選択成長マスクを形成する工程と、前記孔部を通して露出している前記薄層上に、六角柱状の α からなる結晶を成長する工程と、前記六角柱状の α からなる結晶上に、六角錐状の α からなる結晶を成長する工程と、を有することを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針の作製法。

【請求項7】 前記六角柱状の α からなる結晶を成長する工程は、有機金属気相成長法を用いており、該六角柱状の α からなる結晶の成長温度(℃)と、V族原料の供給量(モル数)をIII族原料の供給量(モル数)で割った数値を表す V/III 比との組合せは、

(成長温度、 V/III 比)が、(1000、500)を点a、(1000、3500)を点b、(1150、1000)を点c、(1150、4000)を点dとし

たとき、これら4つの点a、b、c、dを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せであり、

前記六角錐状の α からなる結晶を成長する工程は、有機金属気相成長法を用いており、

該六角錐状の α からなる結晶の成長温度(℃)と、V族原料の供給量(モル数)をIII族原料の供給量(モル数)で割った数値を表す V/III 比との組合せは、

(成長温度、 V/III 比)が、(800、1000)を点e、(800、4000)を点f、(950、1050)を点g、(950、4500)を点hとしたとき、これら4つの点e、f、g、hを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せである、

ことを特徴とする請求項6に記載の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針の作製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法に係る。より詳細には、高解像度の像が安定して得られ、かつ、汚染した際には熱的な清浄化処理の可能な、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、試料の微小領域における形状や性質を調べる手段として、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡及びスピン偏極トンネル顕微鏡が多用されつつある。

【0003】原子間力顕微鏡又はトンネル顕微鏡に用いるカンチレバーの先端には探針が設けてあり、この探針を構成する材料としては、例えばSi、W、Pt、Pt-Ir合金等が用いられてきた。また、原子間力顕微鏡では、絶縁物である窒化シリコンや、酸化シリコンが使われる場合もある。材料がSiからなる探針を作製する方法としては、通常、上記材料を棒状に切り出し、その棒状の中間部を電解液中に浸漬して、電解エッチングする方法が用いられる。ときには、その後、エッチングした部品に対してイオンミリングを行い、その先端の微細化を図っていた。また、材料がW、Pt、Pt-Irの場合には、各材料からなるワイヤを上記の技術で加工することによって探針を作製していた。

【0004】しかしながら、原子間力顕微鏡(AFM)で用いる探針には次のような問題があった。

(1-1) イオンミリングを行っても、探針の先端部を原子オーダーの寸法の形状にすることはできない。

(1-2) 大量生産が困難であり、探針の価格が高くなる。

(1-3) 探針材料がSiの場合には、水酸化カリウム溶液などでのエッチング速度に面内依存性があることを利用して、異方性エッチングを行うことで大量生産が可

能であるが、先端部を原子オーダーの寸法の形状にすることはできない。

(1 - 4) 異方性エッチングにより形成した S i の探針は、軸方向の断面が円ではないため、原子間力顕微鏡やトンネル顕微鏡での観察像に、探針の形状の影響が含まれてしまう。

(1 - 5) 異方性エッチングにより形成した S i の探針は、探針の軸方向の長さとの基部の幅とのアスペクト比が小さいため、微細な凹凸を有する試料の測定時には、探針が試料の深部に充分近づけることができない。

(1 - 6) 上述した材料で作製した探針は、試料に接触させた際に、その探針の先端が塑性変形したり、汚染される。塑性変形が生じる理由は、材料が柔らかいためであった。

(1 - 7) 一度、試料との接触により汚染された探針は、そのままの状態では清浄化することはできない。すなわち、装置から一度取り外してクリーニングする必要がある。

(1 - 8) 探針をクリーニングする方法としては、熱クリーニングを用いると、探針の先端の形状が鈍ってしまうという問題がある。しかし一般に、熱クリーニング以外では、探針の先端をクリーニング処理することはできない。そのため、通常、汚染された探針は、使い捨てであった。このことは、特に、原子間力顕微鏡において大きな欠点であった。何故なら、原子間力顕微鏡では、コンタクトモード、すなわち、探針と試料を接触させて測定するモードで測定が行われるからである。

【 0 0 0 5 】 走査型トンネル顕微鏡 (S T M) においては、解像度の高い像を得るためには、探針からの電子の取り出し効率が低い方が望ましい。この理由から、探針は仕事関数の小さな材料が好適であり、従来は金属が用いられていた。

【 0 0 0 6 】 しかしながら、走査型トンネル顕微鏡 (S T M) で用いる探針には次のような問題があった。

(2 - 1) 金属を探針に用いると、前述したような、探針の先端が塑性変形する問題、及び、一度汚染された探針の先端はクリーニングができないという問題があった。

(2 - 2) 探針として G a A s などの従来からある半導体を用いた場合には、その仕事関数が大きい試料と探針との間に大きな引き出し電圧をかける必要があった。そのため、探針の先端以外と試料間でトンネル電流が流れることがあり、正しい像が得られなかった。

(2 - 3) 上述した引き出し電圧を下げるためには、試料と探針との間の距離を近づける必要があった。ところが、微細な表面構造を有する試料では、探針を充分近づけることができない。そのため、像がぼけてしまうという問題があった。

【 0 0 0 7 】 電子スピンと試料との相互作用を利用するスピン偏極トンネル顕微鏡 (S P - S T M) において

は、スピン偏極した電子を探針から取り出すことが必要である。スピン偏極した電子を探針から取り出すためには、金属からなる探針を用いることができない。金属から出てくる電子は、通常はランダムなスピンを持つからである。そこで、探針材料を半導体とし、円偏光の光ビームを探針に当て、スピン偏極した電子を取り出す試みがある。そこでは、通常探針材料として G a A s を用いていた。しかし、G a A s では仕事関数が大きいため、G a A s のバンド構造における価電子帯のライトホールとヘビーホールとの縮退が、スピン偏極した電子の取り出し効率を低下させてしまうこと、などの問題があった。

【 0 0 0 8 】 また、従来の探針は、フォーカストイオンビームなどのエッチング技術を用いて、加工することにより作製されている。そのため、探針を構成している材料に加工による損傷が導入されやすい。そのため、探針の先端では、結晶性の劣化に伴い材料の物性が劣化する。例えば、バンド構造が乱れているため、先端に T E 偏波の円偏光を照射して取り出した電子のスピンを偏極率が低下する。この結果、スピン偏極トンネル顕微鏡の分解能やコントラストなどの画質が劣化してしまうという問題があった。また加工で作製しているため、探針の先端形状は複数の原子からなる集合体となってしまう。そのため、これを顕微鏡に応用したとき、空間分解能が低くなるという問題があった。

【 0 0 0 9 】 さらに、従来、探針として有用な形状である錐状の構造を結晶成長で形成しようとしても、その方法がなかった。

【 0 0 1 0 】

【 発明が解決しようとする課題 】 本発明の目的は、量産性が高く、原子オーダーの微細な先端形状を有し、塑性変形の少なく、先端が汚染した際に清浄化が可能な、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法を提供することである。

【 0 0 1 1 】 また、本発明の他の目的は、高電圧の印加が容易な、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法を提供することである。

【 0 0 1 2 】 さらに、本発明の他の目的は、スピン偏極電子の取り出しが高い、スピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法を提供することである。

【 0 0 1 3 】

【 課題を解決するための手段 】 本発明の原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針は、 $I n_{1-x-y} G a_x A l_y N$ (但し、 $0 \leq x, Y, X+Y \leq 1$) を α と定義したとき、少なくとも該探針の表面が α からなる材料で構成されていることを特徴とする。

【0014】上記構成とすることによって、以下に示す作用が得られる。

【0015】①上記構成は、 α からなる材料を大面積基板上に結晶成長し、その後、基板から切り出すことによって探針を作製できるため、高い量産性を有する、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針が得られる。

【0016】②探針の表面を α からなる材料で構成したため、従来の探針材料に比べて硬さが増加する。その結果、探針を試料に接触させて用いた場合でも、探針の先端は塑性変形しにくい。従って、試料との接触破壊による探針の交換頻度を減らすことができる。よって、装置の稼働率の高い、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針を提供することができる。

【0017】③探針の表面を構成する α からなる材料は、従来の探針材料に比べて融点が高いので、上記構成の探針は耐熱性が著しく向上する。その結果、探針が汚染した際に、探針の熱クリーニング処理を行っても探針の先端の形状が鈍ることが無い。従って、探針の熱クリーニング処理が可能となるので、仮に汚染しても再利用することができる、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針が得られる。

【0018】④ α からなる材料は、従来の材料であるGaAs等が対象性のよい立方晶構造であるのに対して、より対象性の低い六方晶構造であるため、価電子帯での軽い正孔と重い正孔との縮退が解けている。従って、外部から、TE偏波の円偏光を照射すると効率良く重い正孔を励起することができる。その結果、スピン偏極トンネル顕微鏡用の探針として好適な、スピン偏極した電子を放出しやすい探針が得られる。

【0019】上記特徴において、探針の表面に、互いに組成の異なる複数の α の薄層で構成された積層構造を有することによって、積層構造をなす材料に歪みをかけることができるので、材料のバンド構造内の価電子帯の縮退をさらに解けた状態とすることができる。従って、外部から、TE偏波の円偏光を照射したとき、より効率良く重い正孔を励起することができるので、スピン偏極した電子の放出特性がさらに優れた探針の提供が可能となる。

【0020】また上記特徴において、探針の表面に、 α からなる平坦な薄層、該薄層上に設けた六角柱状の α からなる結晶、及び、該六角柱状の α からなる結晶上に設けた六角錐状の α からなる結晶、で構成された積層構造を有することによって、所定の太さを有し、かつ、先端部が原子オーダーで鋭角な探針が得られる。柱状部が細長ければ凹凸の激しい試料に対して探針の先端を近づけることができる。このような先端形状の探針を、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いることで、空間分解能の向上が図れる。

【0021】特に、前記六角錐状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーが、前記六角柱状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーより小さい場合、探針の長手方向の錐状部先端の反対側、つまり柱状部の底部から、スピン偏極トンネル顕微鏡の探針に照射する光のエネルギーを、六角柱状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーより小さく、かつ、六角錐状の α からなる結晶のバンドギャップエネルギーより大きくすることによって、上記照射光は、六角柱状の α からなる結晶では吸収されることがなく、六角錐状の α からなる結晶を選択的に励起することができる。従って、探針の先端部から、効率良く電子を引き出すことが可能となる。ここで、 α からなる平坦な薄層が厚い時には、照射光が強く吸収されるのを避けるために、薄層のバンドギャップエネルギーを照射光のエネルギーより大きくすることが重要である。

【0022】本発明に係る、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いるカンチレバーは、上記構成の探針が、 α の単結晶薄層からなる平板に支持されている構造を有することを特徴とする。この構成からなるカンチレバーは、錐状部と柱状部からなる探針が、極めて薄い α の単結晶平坦層からなる平板で支持されているため、例えば原子間力顕微鏡に用いた場合、光天秤部が軽く、かつ、非常にしなやかに動くことが可能となり、感度が著しく向上する。また、この構造のカンチレバーは、トンネル顕微鏡やスピン偏極トンネル顕微鏡においても、同様の作用が得られる。

【0023】本発明に係る原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針の作製法は、基板上に、 α からなる平坦な薄層を成長する工程と、前記薄層上に、絶縁膜からなり単数もしくは複数の孔部を有する選択成長マスクを形成する工程と、前記孔部を通して露出している前記薄層上に、六角柱状の α からなる結晶を成長する工程と、前記六角柱状の α からなる結晶上に、六角錐状の α からなる結晶を成長する工程と、を有することを特徴とする。すなわち、本発明の探針の作製法は、探針の表面を構成する部分を全て結晶成長によって作製しているため、上述した従来の作製法に比べて遥かに優れた結晶性を有する探針を形成できる。特に、本発明に係る探針の作製法は、最初の3つの工程では、孔部のサイズを制御することにより基板上に所定の太さの探針を形成することができ、続く4つ目の工程により鋭角な形状を有する先端部を作製する。従って、各工程における結晶の成長条件を適宜選択することにより探針の先端を尖らせ、先端部を構成している原子数をほぼ一原子とすることができる。その結果、理想的な先端形状の探針が作製できるので、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡における空間分解能の著しい向上が図れる。

【0024】特に、前記六角柱状の α からなる結晶を成長する工程において、有機金属気相成長法を用い、該六

角柱状の α からなる結晶の成長温度(℃)と、V族原料の供給量(モル数)をIII族原料の供給量(モル数)で割った数値を表す V/III 比との組合せを、上述した4つの点a、b、c、dを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せとし、かつ、前記六角錐状の α からなる結晶を成長する工程において、有機金属気相成長法を用い、該六角錐状の α からなる結晶の成長温度(℃)と、V族原料の供給量(モル数)をIII族原料の供給量(モル数)で割った数値を表す V/III 比との組合せを、上述した4つの点e、f、g、hを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せとすることによって、六角柱状の α からなる結晶が得られるとともに、該六角柱状の α からなる結晶の上に六角錐状の α からなる結晶を安定して形成することが可能となる。

【0025】

【発明の実施の形態】本発明に係る、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡に用いる探針及びカンチレバー並びにその作製法は、上記 α 、すなわち、 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し、 $0 \leq x, y, x+y \leq 1$) が、錐状成長しやすいうことに着目して初めてなされたものである。特に、本発明者は、 α の成長における表面の平坦な結晶成長条件を詳細に解析し、その成長機構を初めて明らかにした。その成長機構を考察することにより、初めて、 α を錐状に成長させる方法と条件を見出し、本発明を完成させた。

【0026】以下に、本発明の実施の形態を詳細に述べる。なお、実施の形態は一つの例示であって、本発明の精神を逸脱しない範囲で、種々の変更あるいは改良を行い得ることは言うまでもない。

【0027】(第1の実施の形態)図1は、本発明に係る探針の構造を模式的に示した鳥瞰図である。図1において、1は(0001)面を表面とするサファイア基板、2は α からなるバッファ層、3は α からなる単結晶平坦層、4は α からなる柱状部、5は α からなる錐状部である。以下では、 α をGaN($X=1, Y=0$ の場合)として、 α の作製法として有機金属気相成長法(MOVPE)を用いた一例を、作製手順に従い詳述する。

【0028】(1)有機金属気相成長装置として、炉の形状が縦型の装置(不図示)を用いた。該装置の成長炉内に、サファイア基板1の表面が、バッファ層2を成長させる面となるように配置した。そして、成長炉内の圧力を650 Torrとし、成長炉の側壁は水冷した。サファイア基板1の板厚は330 μm とした。

(2)はじめに、アンモニア雰囲気中、温度1050℃でサファイア基板1の表面を3分間窒化した。

(3)次に、膜厚20 nmの非晶質状のGaNバッファ層2を温度550℃で成長させた。このとき、窒素原料としてアンモニアを用いた。その流量は5リットル毎分(slm)とした。また、ガリウム原料としてはトリエチルガリウム(TEG)を用いた。TEGの容器である

バブラの温度は11℃であり、バブリングガスである水素の流量は45 ccm毎分(ccm)とした。また、キャリアガスは15 (slm)とした。

(4)GaNバッファ層2を成長させた後、バッファ層2を、窒素雰囲気中1050℃で9分間アニールし、単結晶化を図った。

(5)次に、GaNバッファ層2の上に、1020℃でGaN単結晶平坦層3を膜厚0.5 μm 成長させた。この時、アンモニア流量は7.5 slmとした。また、ガリウム原料であるトリメチルガリウム(TMG)は、バブラ温度-2℃の条件下で水素バブリングガス25 (ccm)を流すことにより供給した。また、この時の水素キャリアガスは15 (slm)とした。

【0029】その後、柱状部4や錐状部5を成長させた。これらの成長方法としては選択成長法を用いた。以下に、その成長方法について述べる。

(6)まず、成長した単結晶平坦層3の上に選択マスク用に、スパッタリング法を用いて、膜厚約50 nmの二酸化シリコン膜9を形成した。

(7)次に、一般に用いられているフォトリソグラフィ技術を用いて二酸化シリコン膜を部分的にエッチングし、柱状部4を成長する領域の単結晶平坦層3を露出させ、二酸化シリコン膜9からなる選択マスクを形成した。

【0030】図2は、この選択マスクを形成した後の様子を示す模式図であり、(a)は平面図、(b)は

(a)のA-A'部分における断面図である。図2において、6はサファイア基板、7はGaNバッファ層、8は単結晶平坦層、9は選択マスクとして機能する二酸化シリコン膜、10は二酸化シリコン膜に設けた孔部である。孔部10は一边10 μm の六角形であり、孔部の底には単結晶平坦層3が露出した状態とした。孔部10を六角形とした理由は、GaNの結晶構造が六方晶系であるため、その形状にマスクパターンを一致させるためである。ここで、六角形パターンの各辺が、サファイア基板6の[1-100]方向(すなわち窒化ガリウム薄膜の[11-20]方向)に平行であることが重要である。

【0031】(8)次に、GaNからなる六角柱構造の柱状部4を成長させた。まず、上記工程(7)を終えた基板を再び反応炉に挿入し、不活性ガスおよび水素を数slm流し、圧力を約76 Torrに保った。

(9)次に、温度を約1040℃まで上げて、アンモニアを0.15 slmおよびトリメチルガリウムを約6 $\mu mol/min$ を追加導入した(V/III 比は1116)。ここで、 V/III 比=1116は、(アンモニアの供給モル数)/(トリメチルガリウムの供給モル数)=(0.15/22.4)/(6 $\times 10^{-6}$)で求まる数値である。

【0032】この追加導入により、孔部10を通して露出したGaN単結晶平坦層3の上だけに選択的にGaN

がエピタキシャル成長した。このとき、二酸化シリコン膜9の上には窒化ガリウムは析出しなかった。その結果、平坦な6つの垂直ファセット面{1-100}に囲まれた、Ga_{0.9}Nからなる六角柱構造の柱状部4が形成された。

(10) 柱状部4が所望の高さに成長した段階で、トリメチルガリウムの供給を停止し、柱状部4の成長を終了した。

【0033】ここで{1-100}面がファセットとして出現する理由は、本成長条件下では{1-100}面が最も成長速度の遅い結晶面であるからである。

(11) 最後に、Ga_{0.9}Nからなる六角錐構造の錐状部5を成長させた。成長温度を900℃まで下げた後、アンモニアの流量を0.5Slmまで増加し、再びトリメチルガリウムを約12μmol/min供給した(V/III比は1860)。その結果、既に成長した柱状部4の上面に、6つの{1-101}ファセット面に囲まれた六角錐構造の錐状部5が成長した。

【0034】ここで、{1-101}面がファセットとして現れる理由は、本成長条件下では{1-101}面が最も成長速度の遅い結晶面であるからである。なお、

{1-101}面が現れる成長条件の特徴は、上記の{1-100}面が現れる成長条件に比べて、温度が低く、かつ、アンモニアとトリメチルガリウムの流量比が大きいことである。また、本成長条件では、{1-100}面も若干成長するため、六角柱の直径が若干大きくなる。この結果、底面が一辺10.05μmの正六角形であり、高さ12μmの六角錐が形成される。

【0035】図4は、六角柱構造の柱状部4および六角錐構造の錐状部5が得られる成長条件を示すグラフである。図4において、横軸はV族原料の供給量(モル数)をIII族原料の供給量(モル数)で割った数値を表すV/III比であり、縦軸は各構造を成長させるときの温度である。図4から、それぞれの構造を成長するための成長条件は異なっていることが分かった。すなわち、六角柱構造の柱状部4を成長するために必要な、成長温度とV/III比の組み合わせは、(成長温度、V/III比)が、(1000、500)を点a、(1000、3500)を点b、(1150、1000)を点c、(1150、4000)を点dとしたとき、これら4つの点a、b、c、dを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せであるのに対して、六角錐構造の錐状部5を成長するために必要な、成長温度とV/III比の組み合わせは、(成長温度、V/III比)が、(800、1000)を点e、(800、4000)を点f、(950、1050)を点g、(950、4500)を点hとしたとき、これら4つの点e、f、g、hを結んで作られる四角形の範囲内にある組合せであった。この様な条件を選択することにより、それぞれの構造を作り分けることができた。

【0036】また、上記工程(7)では、選択マスクの窓(孔部10)の形状を六角形としたが、円形であっても同様の柱状構造を成長できることも確認された。

(12) 次に、上記工程(11)を終えた基板から探針を切り出した。はじめに、切り出しやすくするために、サファイア基板1の厚さが50μmになるように、基板の裏面側からダイヤモンドペーストを用いて研磨した。その後、ダイヤモンドスクライバで所定の大きさの矩形に切り出し、所望の探針を得た。

【0037】上記工程(1)～(12)により作製した探針を、従来からあるカンチレバーに張り付け、原子間力顕微鏡に用いることができる。

【0038】上記工程ではサファイア基板1を用いたが、トンネル顕微鏡やスピン偏極トンネル顕微鏡に用いるためには、探針に電流を流す必要があるため、導電性材料からなる基板を用いた方が便利である。例えば、窒素ドーピングH-SiC基板を用いることができる。その場合には、結晶の質を高めるために、純粋のGa_{0.9}Nではなく、SiCに格子整合する結晶、例えばAl_{0.9}Ga_{0.1}Nを用いることができる。その際、成長した結晶も導電性となるように、成長中にシランガスを成長炉に流して、Al_{0.9}Ga_{0.1}Nにおいて良質のドナーとなるシリコンをドーピングすることによって、比抵抗が0.01Ω/cmオーダーの結晶が容易に実現できる。

【0039】上記工程(1)～(12)により作製した探針は、その先端部が結晶成長によって作製されているため、その先端を原子オーダーの寸法とすることができ、従って、この探針を備えた、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡又はスピン偏極トンネル顕微鏡は、その測定において、従来の加工法により作製された探針により、高い分解能が得られた。また、この探針を、トンネル顕微鏡(STM)やスピン偏極トンネル顕微鏡(SP-STM)に用いた場合には、探針の材料の仕事関数が小さいため、探針の先端から電子を取り出しやすくなり、S/N比が高く、感度が向上することが明らかとなった。この電子を取り出しやすいという効果は、α(=In_{1-X-Y}Ga_XAl_YN)の中ではAlNが最も優れていた。さらに、この探針を、スピン偏極トンネル顕微鏡(SP-STM)に用いた場合、探針に光を照射してスピン偏極した電子を取り出す際に、照射光にTE波を用いると、極めて励起効率が高くなる。観察時のS/N比が高くなり、感度が高くなることが分かった。また、弱い光で励起することができ、漏れ光による試料への影響も小さくでき、理想的な測定が可能であった。また、この探針は、汚染されたとき、通電加熱をすることによって、探針先端の形状を塑性変形させることなく、汚染物質を蒸発させて除去できることが確認された。

【0040】上記工程ではαをGa_{0.9}Nとしたが、αをIn_{1-X-Y}Ga_XAl_YN(但し、0≤X, Y, X+Y≤1)としても、同様の結果が得られることが分かった。

以下にその例を2つ示す。

【0041】①図1に示す探針の錐状部5を、Ga_{1-x-y}Nに代えてAl_{1-y}Nで形成する。他の構成は、上記説明と同様とする。この場合、Al_{1-y}Nの電子親和力は負であることから、極めて低い引き出し電圧で電子を探針の先端から取り出すことができる。そのため、この探針をトンネル顕微鏡に用いると、探針の先端の形状があまり鋭くなくても、探針の先端以外の部分を構成する原子からのトンネル電流に対する寄与がほとんど無いため、分解能の高い像が得られた。また、この構成の探針を用いた場合は、低い電圧条件で試料を観察できるため、観察時に試料に与える影響が少なくなり、あるがままの状態の観察が可能となる利点を有する。

【0042】②図1に示す探針において、単結晶平坦層3をIn_{1-x-y}Ga_xAl_yN(但し、0 ≤ x, y, x + y ≤ 1)で、柱状部4をGa_{1-x-y}Nで、錐状部5をAl_{1-y}Nで、それぞれ構成する。他の構成は、上記説明と同様とする。

【0043】特に、単結晶平坦層3を構成するIn_{1-x-y}Ga_xAl_yNは、バンドギャップが2.4 eVとなる組成を選択する。この組成は、図5において、3つのポイント(GaN, Al_{1-y}N, In_{1-x-y}N)を結んで得られる領域と、縦軸2.4を通り横軸と平行をなす線分との交わった部分である。

【0044】このような組成のIn_{1-x-y}Ga_xAl_yNは、Ga_{1-x-y}NやAl_{1-y}Nより小さなバンドギャップエネルギーを有する。そのため、柱状部4の底部から、アルゴンイオンレーザを光源とした波長514.5 nmの光を照射すると、この光は柱状部4を構成するGa_{1-x-y}Nには吸収されずに、単結晶平坦層3を構成するIn_{1-x-y}Ga_xAl_yNに達する。このIn_{1-x-y}Ga_xAl_yNにおいて、照射光が吸収され、電子と正孔が発生する。そして、この電子は、試料と探針に印加された電界により、容易にAl_{1-y}Nからなる錐状部5に移動する。Al_{1-y}Nの電子親和力は負であることから、試料に向けて、極めて低い引き出し電圧で電子を放出することができる。このような構成の探針は、電子放射の容易なAl_{1-y}Nだけで探針を構成した場合(上記①の場合)には必要であった波長200 nmより短い励起光源が不要になる、という利点を有する。すなわち、入手の困難な、短波長の光を発生できる小型の光源を備える必要がないことから、トンネル顕微鏡(STM)など装置の小型化や低価格化を図ることが可能となった。

【0045】また、上述した例では、探針全体がα(=In_{1-x-y}Ga_xAl_yN)で構成されている場合を示したが、探針の表面のみがαからなる材料で覆われた構成としても、本願発明の効果が得られることも分かった。その際、Nを導入するために用いる原料としては、例えばアンモニア、ヒドラジン、ジメチルヒドラジン、各種のアミン類を用いることができる。Inを導入するため

に用いる原料としては、例えばトリメチルインジウム、トリエチルインジウムが挙げられる。Gaを導入するために用いる原料としては、例えばトリメチルガリウム、トリエチルガリウムが好適である。Alを導入するために用いる原料としては、例えばトリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウムが望ましい。

【0046】さらに、上述した例では、探針の先端が単一の材料で構成されている場合について示したが、探針の先端表面を、αからなる材料の多層構造で構成しても良い。特に、組成の異なる(一般に、格子定数の異なる)層が積層されている場合、材料に歪みがかかり、材料のバンド構造内の価電子帯の縮退が解ける。そのため、外部から、TE偏波の円偏光を照射すると、効率よく重い正孔を励起することができる。その結果、探針はスピン偏極した電子を放出しやすくなる。この構成からなる探針を、スピン偏極トンネル顕微鏡の探針として用いたとき、測定の高感度化が図れることが明らかとなった。

【0047】またさらに、上述した例において、六角錐状のαからなる結晶のバンドギャップエネルギーが、前記六角柱状のαからなる結晶のバンドギャップエネルギーより小さくなるように、αの組成を選択して探針を作製する。このような構成の探針をスピン偏極トンネル顕微鏡の探針として用い、柱状部の底面から、この探針に照射する光のエネルギーを、六角柱状のαからなる結晶のバンドギャップエネルギーより小さく、かつ、六角錐状のαからなる結晶のバンドギャップエネルギーより大きくすることによって、上記照射光は、六角柱状のαからなる結晶では吸収されることなく、六角錐状のαからなる結晶を選択的に励起できることが分かった。その結果、探針の先端部から、さらに効率良く電子を引き出すことが可能となった。ここで、αからなる平坦な薄層が厚い時には、光吸収を少なくするために、薄層のバンドギャップエネルギーを照射光のエネルギーより大きくしておく方が良い。

【0048】(第2の実施の形態)図3は、本発明に係るカンチレバーの断面構造を示した模式図である。図2において、11は探針の先端をなす錐状部11、12は探針の柱状部、13は本発明に係るカンチレバーの特徴である単結晶平坦層、14は導電性光反射膜である。

【0049】以下では、図3のカンチレバーの作製法を、その作製手順に従って説明する。

(1)第1の実施の形態と同様にして、図1に示した構成からなる所望の探針を形成した。その際、基板1の材料をサファイアに代えてSiCを用いた点と、単結晶平坦層3(図3の13)の膜厚を25 μmとした点とが、第1の実施の形態と異なる。その他の部位の寸法は、第1の実施の形態と同様である。基板1としてSiCを用いたため、各成長層[すなわち、単結晶平坦層3(図3の13)、探針の柱状部4(図3の12)、探針の錐状

部 5 (図 3 の 1 1) からなる部分] については、全て Si をドーブして形成した。

(2) 各成長層を全て作製した後、顕微鏡にカンチレバーを取り付けるために必要な領域 (図 3 の 1 5) を除いた Si C 基板部をドライエッチングして除去した。このとき、基板が多少残っていても構わない。

(3) その後、図 3 に示すように、単結晶平坦層 1 3 の基板面が存在した側に、導電性の光反射膜 1 4 として金を蒸着した。

(4) 最後に、所定のサイズに切り出すことによって、10 所望のカンチレバーを得た。

【 0 0 5 0 】 上記工程により作製したカンチレバーを原子間力顕微鏡 (A F M) に用いたところ、従来の構造のカンチレバーに比べて、極めて感度が高いことが判明した。この効果は、錐状部 1 1 と柱状部 1 2 からなる探針が、極めて薄い単結晶平坦層 1 3 で支持されているため、光天秤部が軽く、かつ、非常にしなやかに動くためであると考えた。また、この構成のカンチレバーは、トンネル顕微鏡 (S T M) やスピン偏極トンネル顕微鏡 (S P - S T M) に用いても、同様の効果が得られた。20

【 0 0 5 1 】 上述した実施の形態では、基板をサファイア又は Si C とした例を示したが、本発明に係る構成を実現できれば、その他の種類の基板を用いても良いことは言うまでもない。

【 0 0 5 2 】 また、上記 α であるところの $I n_x G a_y A l_{1-x-y} N$ の組成も、 $0 \leq x \leq 1$ 、 $0 \leq y \leq 1$ 、 $0 \leq x + y \leq 1$ の範囲で適宜選ぶことができる。

【 0 0 5 3 】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明に係る探針及びカンチレバーを、原子間力顕微鏡 (A F M) 、トンネル顕微鏡 (S T M) やスピン偏極トンネル顕微鏡 (S P - S T M) に用いることによって、高解像度の像を容易に得ることができる。また、たとえ探針の先端が汚染されても、熱クリーニングによる清浄化が可能である。

【 0 0 5 4 】 従って、これら利点を有する探針及びカン

チレバーを用いることにより、上記各顕微鏡の特性を飛躍的に向上でき、かつ、ランニング・コストを従来より低く抑えることができる。よって、上記各顕微鏡の用途がさらに広まり、学問的にも、産業上も大きな効果をもたらすことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明に係る探針の構造を模式的に示した鳥瞰図である。

【図 2】 二酸化シリコン膜 9 からなる選択マスクを形成した後の様子を示す模式図であり、(a) は平面図、

(b) は (a) の A - A ' 部分における断面図である。

【図 3】 本発明に係るカンチレバーの断面構造を示した模式図である。

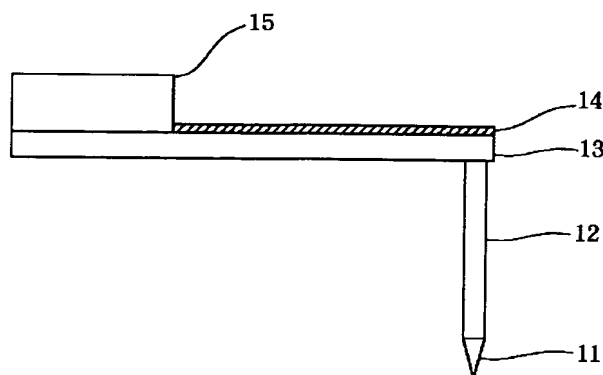
【図 4】 六角柱構造の柱状部 4 および六角錐構造の錐状部 5 が得られる成長条件を示すグラフである。

【図 5】 α (= $I n_x G a_y A l_{1-x-y} N$) からなる材料の a 軸方向の格子定数と、その材料のバンドギャップエネルギーとの関係を示すグラフである。

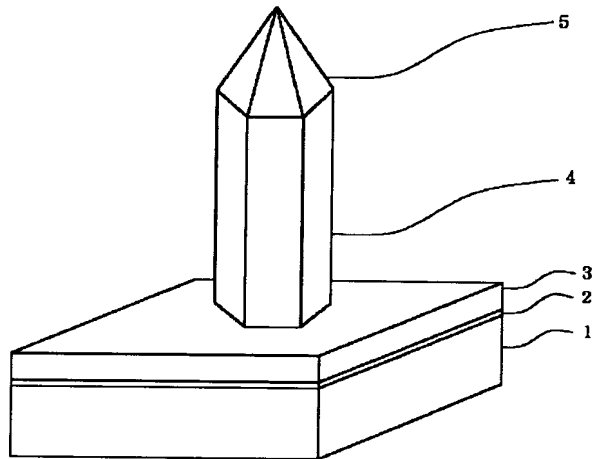
【符号の説明】

- 1 基板、
- 2 バッファ層、
- 3 単結晶平坦層、
- 4 柱状部、
- 5 錐状部、
- 6 基板、
- 7 バッファ層、
- 8 単結晶平坦層、
- 9 選択マスクとして機能する二酸化シリコン膜、
- 10 二酸化シリコン膜 9 に設けた孔部、
- 11 錐状部、
- 12 柱状部
- 13 単結晶平坦層、
- 14 光反射膜、
- 15 カンチレバーを装置に取り付けるための領域。

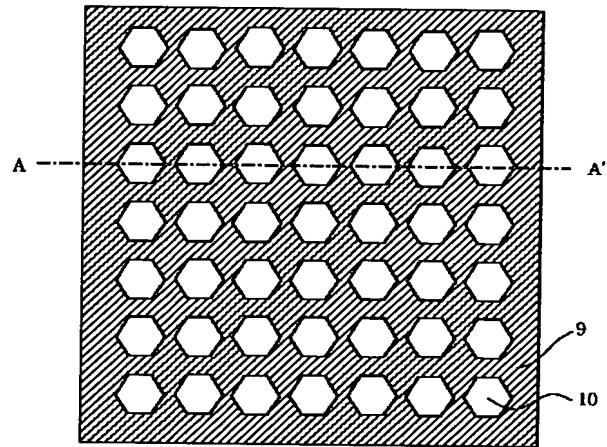
【図 3】



【図 1】

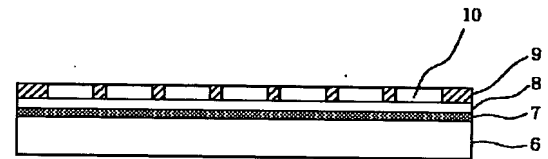
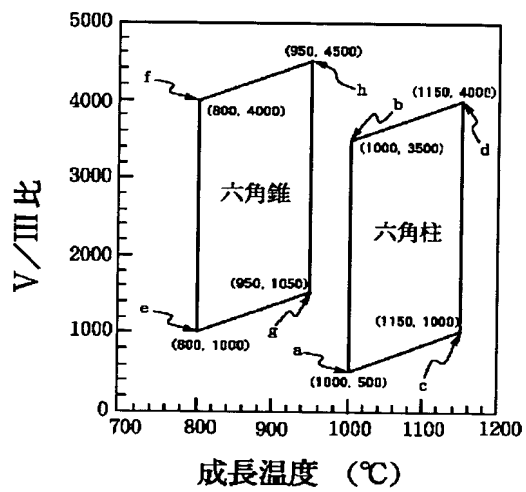


【図 2】



(a)

【図 4】



(b)

【図 5】

